

## JP2003226631

Publication Title:

COSMETIC

Abstract:

Abstract of JP 2003226631

(A) Translate this text PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain cosmetics which can stably be formulated with a fluorine- modified silicone resin difficult in stable formulation for conventional ones without precipitation. ; SOLUTION: The cosmetics comprise (A) the fluorine-modified silicone resin containing a silanol group represented by average formula (I) 
$$R\text{---}SP\text{---}1\text{---}SP\text{---}n\text{---}SiO\text{---}(4-n)/2\text{---}(1)$$
 (R is any functional group selected from the group consisting of a 1-8C hydrocarbon group, a phenyl group, a hydroxyl group, a 2-6C bifunctional alkylene group and a 1-8C perfluoroalkyl group with the proviso that the resin necessarily contains the hydroxyl group and a 1-8C perfluoroalkyl group as R-SP-1-SP-; n is an average number and is  $1.0 \leq n \leq 1.8$ ) and (B) an alkyl modified trisiloxane represented by structural formula (II) (R-SP-3 is a 1-22C straight-chain or branched alkyl group). The content of the compound (A) is 0.01-30% (mass percentage). ; COPYRIGHT: (C)2003,JPO

-----  
Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-226631

(P2003-226631A)

(43)公開日 平成15年8月12日(2003.8.12)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
A 6 1 K	7/42	A 6 1 K	4 C 0 8 3
	7/00	7/00	E
			J
			N
			R
		審査請求 未請求 請求項の数5	O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願2002-25833(P2002-25833)

(22)出願日 平成14年2月1日(2002.2.1)

(71)出願人 000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72)発明者 大村 孝之

神奈川県横浜市都筑区早渕2-2-1 株式会社資生堂リサーチセンター(新横浜)内

(74)代理人 100094570

弁理士 ▲高▼野 俊彦

最終頁に続く

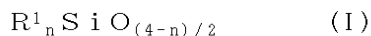
(54)【発明の名称】 化粧品

(57)【要約】

【課題】 安定配合が困難であったフッ素変性シリコーン樹脂を析出することなく安定に配合できる化粧料を提供すること。

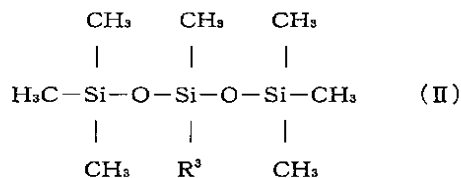
【解決手段】 下記の化合物(A)と(B)とを含有し、化合物(A)の含有量が化粧料全量に対して0.01~30%(質量百分率)である化粧料。

(A) 下記平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコーン樹脂



(R<sub>1</sub>は、炭素数1~8の炭化水素基、フェニル基、水酸基、炭素数2~6の二価のアルキレン基、炭素数1~8のパーフルオロアルキル基からなる群から選ばれる任意の官能基である。ただし、水酸基、炭素数1~8のパーフルオロアルキル基を必ず有する。nは平均数で1.0≤n≤1.8である。)

(B) 下記構造式(II)で表わされるアルキル変性トリシロキサン

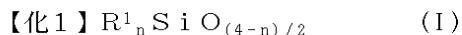


(ただし、R<sup>3</sup>は炭素数1~22の直鎖又は分岐アルキル基である。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の化合物(A)と(B)とを含有し、化合物(A)の含有量が化粧料全量に対して0.01～30% (質量百分率)である化粧料。

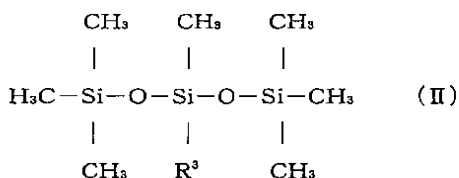
(A) 下記平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂



(R<sub>1</sub>は、水酸基、炭素数1～8のパーフルオロアルキル基、炭素数1～8の炭化水素基、フェニル基、炭素数1～8のアルキレン基から選ばれる任意の官能基である。ただし、水酸基、炭素数1～8のパーフルオロアルキル基を必ず有する。nは平均数で1.0 ≤ n ≤ 1.8である。)

(B) 下記構造式(II)で表わされるアルキル変性トリシロキサン

## 【化2】



(ただし、R<sup>3</sup>は炭素数1～22の直鎖又は分岐アルキル基である。)

【請求項2】 前記構造式(II)で表わされるアルキル変性トリシロキサンがカプリルメチコンである請求項1記載の化粧料。

【請求項3】 前記平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂をオクタメチルシクロテトラシロキサン及び／又はデカメチルシクロペンタシロキサンに溶解した溶液を配合した請求項1または2記載の化粧料。

【請求項4】 化粧料中における前記化合物(A)と(B)との質量比が、(A)/(B) = 5/5～1/9である請求項1、2または3記載の化粧料。

【請求項5】 請求項1、2、3または4記載の化粧料がさらに紫外線吸収剤及び／又は紫外線散乱剤を含有する日焼け止め化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は化粧料に関する。さらに詳しくは、シラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂が安定に配合された化粧料及び日焼け止め化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、化粧品に配合するシリコン樹脂として、トリメチルシロキシケイ酸(以後、MQレジンと称する)が知られており、高い撥水性を有し、肌への接着性が長時間持続するため、日焼け止め化粧料などの被膜剤として幅広く用いられている。

【0003】しかしながら、MQレジンの欠点として、塗布時のべたつき、さらには、使用中の皮膜感が指摘されており、MQレジンの欠点を改善した被膜剤の開発が盛んに行われている。

【0004】その開発例として、シラノール基を分子内に有するフッ素変性シリコン樹脂を油剤中に分散した化粧料が特開平9-12431号公報に記載されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながらこの樹脂は化粧料中に安定に配合することが困難である。特に極性油を配合した化粧料若しくは極性油である紫外線吸収剤を多量に配合する日焼け止め化粧料の基剤中においては、樹脂自体が析出し安定配合が出来ず、化粧料用の配合成分として使用することが極めて困難であった。

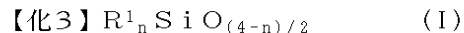
【0006】本発明者は上述の課題を解決すべく鋭意研究を行った結果、シラノール基を含有するフッ素変性シリコン樹脂と特定のアルキル変性トリシロキサンとを化粧料に配合すると、極性の高い紫外線吸収剤や紫外線吸収剤の溶媒となる高極性油を多量に配合した系においても、フッ素変性シリコン樹脂が析出することなく安定に配合できることを見出し本発明を完成するに至った。さらに、この化粧料の使用性は、べたつかずさっぱりとしていて、使用中の皮膜感(肌についているというような違和感)がなく、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きが目立たない効果を有することを見出し本発明を完成するに至った。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は下記の通りである。

(1) 下記の化合物(A)と(B)とを含有し、化合物(A)の含有量が化粧料全量に対して0.01～30% (質量百分率)である化粧料。

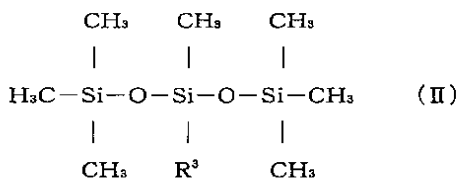
(A) 下記平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂



(R<sub>1</sub>は、水酸基、炭素数1～8のパーフルオロアルキル基、炭素数1～8の炭化水素基、フェニル基、炭素数1～8のアルキレン基から選ばれる任意の官能基である。ただし、水酸基、炭素数1～8のパーフルオロアルキル基を必ず有する。nは平均数で1.0 ≤ n ≤ 1.8である。)

(B) 下記構造式(II)で表わされるアルキル変性トリシロキサン

## 【化4】



(ただし、 $\text{R}^3$ は炭素数1～22の直鎖又は分岐アルキル基である。)

(2) 前記構造式(II)で表わされるアルキル変性トリシロキサンがカプリルメチコンである上記の化粧料。

(3) 前記平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂をオクタメチルシクロテトラシロキサン及び／又はデカメチルシクロペンタシロキサンに溶解した溶液を配合した上記の化粧料。

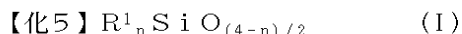
(4) 化粧料中における前記化合物(A)と(B)との質量比が、 $(A)/(B)=5/5\sim 1/9$ である上記の化粧料。

(5) 上記の化粧料がさらに紫外線吸収剤及び／又は紫外線散乱剤を含有する日焼け止め化粧料。

#### 【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳述する。

【0009】本発明に用いる化合物(A)は、下記平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂であり、化粧料原料として公知のシリコン樹脂である。



上記平均式において、 $\text{R}_1$ は、水酸基、炭素数1～8のパーフルオロアルキル基を必須とし、さらに炭素数1～8の炭化水素基、フェニル基、炭素数1～8のアルキレン基から選ばれる任意の官能基であってもよい。すなわち、化合物(A)のフッ素変性シリコン樹脂は、 $\text{R}_1$ として、シリコンに結合した水酸基と炭素数1～8のパーフルオロアルキル基をそれぞれ必ず有しなければならない。さらに、 $\text{R}_1$ として、炭素数1～8の炭化水素基、フェニル基、炭素数1～8のアルキレン基から選ばれる任意の官能基が、シリコンに結合していてもよく、結合していなくてもよい。水酸基、炭素数1～8のパーフルオロアルキル基とともに、炭素数1～8の炭化水素基を有することが好ましい。なお、 $n$ は平均数を表わし、 $1.0 \leq n \leq 1.8$ である。好ましい具体的化合物はトリフロロプロピルメチルシロキシトリメチルシロキシ珪酸である。皮膚や粉体に対する付着性の観点から、上記フッ素変性シリコン樹脂のシラノール基中のOH基の割合が、樹脂重量に対して0.1～5% (質量百分率) であることが好ましく、さらに好ましくは0.5～5%である。

【0010】化合物Aの化粧料への配合量は、化粧料全量に対して0.001～30% (質量百分率) であり、さらに好ましくは0.1～10%である。30%を超え

ると本発明の効果を発揮し得ない場合がある。

【0011】上記のフッ素変性シリコン樹脂は、一般に常温で固体状であるため、環状シリコン、ジメチルポリシロキサンに溶解して、化粧料に配合することが好ましい。特にオクタメチルシクロテトラシロキサン(以後、D4と称する)及び／又はデカメチルシクロペンタシロキサン(以後、D5と称する)に溶解して用いることが好ましい。化合物Aの平均式(I)で表わされるシラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂の市販品としては、ポリアルキルフルオロアルキルシロキサンのD5の50%溶液である東芝シリコン株式会社製「XS-B8226」などが挙げられる。

【0012】本発明のもう一つの必須成分である構造式(II)の化合物(B)は、直鎖状アルキル変性シリコンの中で最もコンパクトな構造であるトリシロキサンを骨格とし、その中心に位置するシリコンのメチル基の一つを特定のアルキル基に置換した構造を有するアルキル変性トリシロキサンである。中心に位置するシリコンのアルキル基は、炭素数が1～22の直鎖若しくは分岐アルキル基であり、好ましくは炭素数4～10の直鎖若しくは分岐アルキル基である。化合物(B)のアルキル変性トリシロキサンは公知の化合物であり、本発明においては市販品若しくは公知の方法でトリシロキサンを上記のアルキル基で置換した化合物を使用できる。本発明において最も好ましいアルキル変性トリシロキサンは、アルキル基がオクチル基であるカプリルメチコンである。市販品としては、日本ユニカー(株)社製の「SILSOFT034」などが挙げられる。

【0013】本発明に用いる化合物Bのアルキル変性トリシロキサンは、化粧料基剤中に安定に配合できない上記化合物(A)のフッ素変性シリコン樹脂を基剤中に安定に配合できる効果を有する。化合物(A)のフッ素変性シリコン樹脂は極性油との相溶性が極めて乏しいので、本発明は極性油の配合量が多い化粧料に対して特に有用である。紫外線吸収剤として配合するオクチルメトキシシンナメート、トープチルメトキシジベンゾイルメタンあるいは紫外線吸収剤を溶解するために用いるコハク酸ジオクチルなどの極性油を配合した日焼け止め化粧料においては、基剤を均一に溶解させ、紫外線吸収剤の性能を十分に発揮させ日焼け止め化粧料としての効果を向上させるための大きな役割を担う。極性油の配合量が多い乳化系、オイル系のサンスクリーンなどの日焼け止め化粧料において本発明は特に有用である。

【0014】化合物Bの化粧料への配合量は、化粧料全量に対して1～50% (質量百分率) が好ましく、さらに好ましくは3～30%である。

【0015】本発明においては、上記化合物(A)と(B)の化粧料中への配合量の質量比は、化合物(A)/化合物(B)=5/5～1/9が好ましい。化合物(A)/化合物(B)=5/5より大きくなるとフッ素

変性シリコン樹脂の析出が起こりやすくなり、また、1/9より小さくなると使用性の面で本発明の効果を感じにくくなる場合がある。

【0016】本発明の日焼け止め化粧料に用いる紫外線吸収剤としては特に限定されない。例えば、パラアミノ安息香酸（以下、PABAと略す）、PABAモノグリセリンエステル、N、N-ジプロポキシPABAエチルエステル、N、N-ジエトキシPABAエチルエステル、N、N-ジメチルPABAエチルエステル、N、N-ジメチルPABAブチルエステル等の安息香酸系紫外線吸収剤；ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート等のアントラニル酸系紫外線吸収剤；アルミサリシレート、メンチルサリシレート、ホモメンチルサリシレート、オクチルサリシレート、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、p-イソプロパノールフェニルサリシレート等のサリチル酸系紫外線吸収剤；オクチルシンナメート、エチル-4-イソプロピルシンナメート、メチル-2, 5-ジイソプロピルシンナメート、エチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、プロピル-p-メトキシシンナメート、オクチル-p-メトキシシンナメート、(2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート)、2-エトキシエチル-p-メトキシシンナメート、シクロヘキシル-p-メトキシシンナメート、エチル- $\alpha$ -シアノ- $\beta$ -フェニルシンナメート、2-エチルヘキシル- $\alpha$ -シアノ- $\beta$ -フェニルシンナメート、グリセリルモノ-2-エチルヘキサノイル-ジパラメトキシシンナメート、3, 4, 5-トリメトキシ桂皮酸3-メチル-4-[メチルビス(トリメチルシロキシ)シリル]ブチル等の桂皮酸系紫外線吸収剤；3-(4'-メチルベンジリデン)-d, 1-カンファー、ウロカニン酸、ウロカニン酸エチルエステル、2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール、2, 2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メトキシオクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニルベンゾトリアゾール、ジベンザラジン、ジアニソイルメタン、4-メトキシ-4'-メトキシベンゾイルメタン、5-(3, 3'-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン等が挙げられる。

【0017】紫外線吸収剤の配合量は目的とする紫外線防止効果に応じて適宜決定されるが、日焼け止め化粧料全量に対して通常0.01~30.0%（質量百分率）、好ましくは0.05~25.0%である。0.01%未満では日焼け止め効果に乏しく、30.0%を超える配合量の紫外線防止効果は現実的に必要なく不経済である。

【0018】本発明に用いる紫外線散乱剤の粉末（紫外線防衛剤粉末とも称する）としては、酸化チタン、微粒子酸化チタン、酸化亜鉛、微粒子酸化亜鉛、酸化鉄、微

粒子酸化鉄等が挙げられる。これらの粉末は、必要に応じて、表面に油脂を吸着若しくは油脂と水酸基等の官能基とのエステル化やエーテル化反応により粉末を親油性にする油処理法、脂肪酸の亜鉛塩やマグネシウム塩を用いる金属石鹸処理法、ジメチルポリシロキサンまたはメチル水素ポリシロキサンを用いるシリコン処理法、パーフルオロアルキル基を有するフッ素化合物で処理するフッ素処理法等の表面処理により、疎水性粉末として、日焼け止め化粧料中の油分に分散配合することもできる。

【0019】紫外線散乱剤の粉末の配合量は、日焼け止め化粧料全量に対して通常1~50%（質量百分率）であり、好ましくは5~20%である。1%未満では紫外線散乱効果に乏しく、50%を越えて配合すると、粉末の凝集が生じ、使用性が劣ると同時に、水と接触して白浮きが目立つ場合がある。

【0020】本発明の化粧料には、必要に応じ本発明の効果を損なわない範囲で、上記必須成分に他に通常化粧料に配合される成分、例えば、ナイロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、スチレン-ジビニルベンゼン共重合体、ポリエチレン粉末、多孔性ビニル系ポリマー、アクリレートコポリマー、ポリメチルシルセスキオキサン粉末等の樹脂粉末や疎水化処理樹脂粉末；保湿剤；増粘剤；低級アルコール；多価アルコール；ムコ多糖類；防腐剤；酸化防止剤；金属イオン封鎖剤；pH調整剤；消炎剤；ビタミン；アミノ酸；ホルモン等の薬剤；生薬収斂剤；顔料；分散剤；香料などを適宜配合し、目的とする剤形に応じて常法により製造することができる。

【0021】本発明の化粧料及び日焼け止め化粧料の剤型は特に限定されないが、乳化系、オイル系の剤型において本発明は好ましく利用される。

【0022】

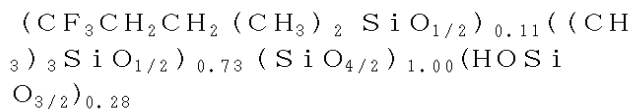
【実施例】以下に実施例により本発明を更に詳しく説明する。なお、本発明はこれらの実施例にのみ限定されるものではない。配合量は%（質量百分率）である。

【0023】「化合物(A)の製造例(シラノール基を有するフッ素変性シリコン樹脂)」

製造例1

反応容器に16質量%の塩酸水147重量部を入れ、この中にJケイ酸ソーダ3号（日本化学工業社製）154重量部と水220重量部の混合物およびイソプロピルアルコール158重量部を攪拌しながら添加した後、 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}$ :22重量部、トリメチルクロロシラン:51.2重量部およびIPソルベント1620（出光石油化学（株）社製）:70重量部の混合物を内温が20~30℃を維持する速度で滴下した。引き続き80~90℃で5時間反応後、反応液を水層が中性になるまで水洗した。反応物を減圧下に加熱し、溶剤を留去して得られた反応生成物を、赤外吸収スペクトル分析、核磁気共鳴スペクトル分析した結果、以

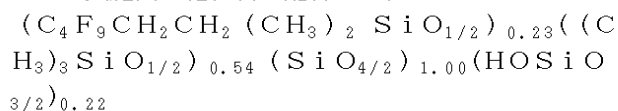
下の平均組成式で示される構造を有する化合物Aのフッ素変性シリコーン樹脂を得た。製造した樹脂をD5に溶解し50%（質量百分率）溶液として実施例の化粧料に配合した。



得られたフッ素変性シリコン樹脂の水酸基の量はカルフィッシャー法により確認した結果、3.0%（質量百分率）であった。

【0024】製造例2

反応容器に16質量%の塩酸水147重量部を入れ、この中にJケイ酸ソーダ3号154重量部と水220重量部の混合物およびイソプロピルアルコール158重量部を攪拌しながら加えた後、 $C_4F_9CH_2CH_2(CH_3)_2SiCl$ ：80.7重量部、トリメチルクロロシラン：38.4重量部およびIPソルベント1620：70重量部の混合物を内温が20～30℃を維持する速度で滴下した。引き続き80～90℃で5時間反応後、反応液を水層が中性になるまで水洗した。反応物を減圧下に加熱し、溶剤を留去して得られた反応生成物を、赤外吸収スペクトル分析、核磁気共鳴スペクトル分析した結果、以下の平均組成式で示される構造を有する化合物Aのフッ素変性シリコン樹脂を得た。得られたフッ素変性シリコン樹脂をD4に溶解し50%（質量百分率）溶液として実施例の化粧料に配合した。



得られたフッ素変性シリコーン樹脂の水酸基の量は別途カルフィッシャー法により確認した結果、2.0%（質量百分率）であった。

【００２５】「表１」に示すＷ／Ｏ型日焼け止めローションを下記の製法により製造し、下記の評価を行った。評価結果を合わせて「表１」に示した。実施例１～３の本発明の化粧料はいずれも優れた効果を有している。

(製法) (1)～(9)(14)を均一に溶解した油相に、(13)を添加し、ホモミキサーにより攪拌する。この溶液に、(10)～(12)を均一とした水相をホモミキサーで攪拌しながら添加して、W/O型乳化日焼け止めローションを得た。

(評価)化粧料製造中にフッ素変性シリコン樹脂の析

出の有無について、目視により評価した。評価基準は以下の通りである。

(1) フッ素変性シリコーン樹脂(化合物A)の析出

○：製造中にフッ素変性シリコン樹脂の析出なし

×：製造中にフッ素変性シリコーン樹脂の析出あり

【0026】次に、製造中にフッ素変性シリコン樹脂の析出しない実施例及び比較例について、評価専門パネリスト20名の前腕内側部(5×10cm)にサンプル1gを塗布し、以下の基準で評価した。

(2) 使用中ののび

◎：20名中、16名以上が良好と回答した。

○：20名中、12～15名が良好と回答した。

△：20名中、6～11名が良好と回答した。

×：20名中、6名未満が良好と回答した。

(3) さっぱりさ

◎：20名中、16名以上が良好と回答した。

○：20名中、12～15名が良好と回答した。

△：20名中、6～11名が良好と回答した。

×：20名中、6名未満が良好と回答した。

#### (4) ベたつきのなさ

◎：20名中、16名以上が良好と回答した。

○：20名中、12～15名が良好と回答した。

△：20名中、6～11名が良好と回答した。

×：20名中、6名未満が良好と回答した。

(5) 耐水性 (白さの目立ち)

サンプル塗布後、10分間流水（30℃）で塗布部を水洗し、白さの目立ち具合で耐水性を評価した。

◎：20名中、16名以上が良好と回答した。

○：20名中、12～15名が良好と回答した。

△：20名中、6～11名が良好と回答した。

×：20名中、6名未満が良好と回答した。

(6) 耐汗性 (白さの目立ち)

サンプル塗布後、パネルに20分間、気温35℃の恒温槽に入ってもらい、20分後の白さの目立ち具合で耐汗性を評価した。

◎：20名中、16名以上が良好と回答した。

○：20名中、12～15名が良好と回答した。

△：20名中、6～11名が良好と回答した。

×：20名中、6名未満が良好と回答した。

## 【0027】

## 【表1】

[illegible]

## (5)2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン

	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(6)ポリエーテル変性シリコーン(*2)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
(7)化合物A(*3)	5.0	—	1.0	50.0	—	—	5.0
(8)化合物A(*4)	—	10.0	—	—	—	—	—
(9)トリメチルシロキシケイ酸(*5)	—	—	—	—	5.0	—	—
(10)アクリル変性シリコーン(*6)	—	—	—	—	—	8.3	—
(12)イオン交換水	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余
(13)パラベン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
(12)1,3-ブチレングリコール	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(13)酸化チタン(*1)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
(14)香料	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1

化合物A／化合物B (質量比)	2.5/20 (0.125)	5/5 (1)	0.5/4.5 (0.11)	25/1 (25)	—	—	—
--------------------	-------------------	------------	-------------------	--------------	---	---	---

(1)化合物Aの析出	○	○	○	×	—	—	×
(2)使用中ののび	◎	◎	◎	—	○	×	—
(3)さっぱりさ	◎	◎	◎	—	×	△	—
(4)べたつきのなさ	◎	◎	◎	—	×	×	—
(5)耐水性	◎	◎	○	—	◎	△	—
(6)耐汗性	◎	◎	○	—	△	○	—

\*1:カプリリルメチコン

\*2:信越化学工業株式会社製、商品名SC9450N

\*3:製造例1のD5の50%溶液

\*4:製造例2のD4の50%溶液

\*5:D5の50%溶液(信越化学工業株式会社製、商品名KF7312J)

\*6:D5の30%溶液(信越化学工業株式会社製、商品名KP-545)

\*7:水酸化アルミニウム/ステアリン酸処理粉末

## 【0028】

実施例4. 日焼け止めクリーム(W/O型乳化化粧料)

(1)デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
(2)化合物B [一般式(II)でR <sup>3</sup> がラウリル基]	9.0
(3)化合物A(製造例2)	8.0
(4)イソステアリン酸	1.0
(5)オクチルメトキシシンナメート	5.0
(6)パラベン	0.15
(7)香料	0.1
(8)疎水化酸化亜鉛	5.0
(9)疎水化酸化チタン	5.0
(10)イオン交換水	残余
(11)グリセリン	5.0
(12)スメクトン	1.0

(製法)(1)～(7)を70℃に加熱し、予め油相を均一に調製しておく。次に、(8)(9)を加え、ディスパーで均一に分散混合する。(10)～(12)を70℃で分散混合してから油相へディスパーで撹拌しながら徐々に加え、充分均一に混合撹拌、冷却して目的の日

焼け止めクリームを得る。この日焼け止めクリームは、化合物Aの樹脂の析出がなく、のびがよく、さっぱりとしていて、べたつかず、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きは見られないものである。

## 【0029】

## 実施例5. サンスクリーンクリーム (O/W型乳化化粧料)

(1) オクタメチルシクロペンタシロキサン	5.0
(2) 化合物A (製造例1)	6.0
(3) 化合物B	16.0
[一般式(II)で、R <sup>3</sup> がミリスチル基]	
(4) p-ジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシルエステル	1.0
(5) 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン	1.0
(6) 香料	0.1
(7) パラベン	0.1
(8) エタノール	5.0
(9) イオン交換水	残 余
(10) ソルビタンステアリン酸脂肪酸エステル	0.4
(11) プロピレングリコール	5.0
(12) デキストリンパルミチン酸エステル処理微粒子酸化亜鉛	8.0
(13) 塩化ジステアリルジメチルアンモニウム処理ヘクトライト	0.8

(製法) (1)～(7)と(8)～(11)を別々に70℃に加熱攪拌し、(1)～(7)に(8)～(11)を攪拌しながら加えて乳化後、(12)(13)を加えて混合攪拌し、冷却してO/W型のサンスクリーンクリームを得る。このサンスクリーンクリームは、化合物Aの樹脂の析出がなく、のびがよく、さっぱりとしていて、べたつかず、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きは見られないものである。

【0030】

## 実施例6. 日焼け止めジェル (W/O型乳化化粧料)

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
(2) ジメチルポリシロキサン (6mPa・s)	2.0
(3) 2-エチルヘキシルパルミテート	2.0
(4) 化合物A (製造例1)	10.0
(5) 化合物B	5.0
[一般式(II)で、R <sup>3</sup> がオクチル基]	
(6) エタノール	3.0
(7) イソプロピル-p-メトキシシンナメート	10.0
(8) 4-メトキシ-4'-tert-ブチルジベンゾイルメタン	2.0
(9) ポリエーテル変性シリコーン	10.0
(商品名: BY11-030; 東レ・ダウシリコーン(株)社製)	
(10) 酸化チタン	5.0
(水酸化アルミニウム/ステアリン酸処理)	
(11) イオン交換水	1.0
(12) パラベン	0.1
(13) 香料	0.1

(製法) (7)(8)および(12)(13)を加熱溶解した後、(1)～(5)に加え混合溶液した。攪拌機で攪拌しながら、(6)(9)を加えて完全に混合した。その後、攪拌機で攪拌を続けながら(10)(11)を加え、W/O型の日焼け止めジェルを得る。この日焼け止めジェルは、化合物Aの樹脂の析出がなく、のびがよく、さっぱりとしていて、べたつかず、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きは見られないものである。

【0031】

## 実施例7. 日焼け止めクリーム (W/O型乳化化粧料)

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
(2) 化合物B	9.0
[一般式(II)でR <sup>3</sup> がメチル基]	
(3) 化合物A (製造例2)	8.0
(4) イソステアリン酸	1.0
(5) オクチルメトキシシンナメート	5.0
(6) パラベン	0.15

(7) 香料	0.1
(8) 疎水化酸化亜鉛	5.0
(9) 疎水化酸化チタン	5.0
(10) イオン交換水	残 余
(11) グリセリン	5.0
(12) スメクトン	1.0

(製法) (1)～(7)を70℃に加熱し、予め油相を均一に調製しておく。次に、(8)(9)を加え、ディスパーで均一に分散混合する。(10)～(12)を70℃で分散混合してから油相へディスパーで撹拌しながら徐々に加え、充分均一に混合撹拌、冷却して目的の日

焼け止めクリームを得る。この日焼け止めクリームは、化合物Aの樹脂の析出がなく、のびがよく、さっぱりとしていて、べたつかず、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きは見られないものである。

【0032】

実施例8. サンスクリーンクリーム (O/W型乳化化粧料)

(1) オクタメチルシクロペンタシロキサン	5.0
(2) 化合物A (製造例1)	6.0
(3) 化合物B	16.0
[一般式(II)で、R <sup>3</sup> がデシル基]	
(4) p-ジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシルエステル	1.0
(5) 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン	1.0
(6) 香料	0.1
(7) パラベン	0.1
(8) エタノール	5.0
(9) イオン交換水	残 余
(10) ソルビタンステアリン酸脂肪酸エステル	0.4
(11) プロピレングリコール	5.0
(12) デキストリンパルミチン酸エステル処理微粒子酸化亜鉛	8.0
(13) 塩化ジステアリルジメチルアンモニウム処理ヘクトライト	0.8

(製法) (1)～(7)と(8)～(11)を別々に70℃に加熱撹拌し、(1)～(7)に(8)～(11)を撹拌しながら加えて乳化後、(12)(13)を加えて混合撹拌し、冷却してO/W型のサンスクリーンクリームを得る。このサンスクリーンクリームは、化合物A

の樹脂の析出がなく、のびがよく、さっぱりとしていて、べたつかず、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きは見られないものである。

【0033】

実施例9. 日焼け止めジェル (W/O型乳化化粧料)

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
(2) ジメチルポリシロキサン (6mPa·s)	2.0
(3) 2-エチルヘキシルパルミテート	2.0
(4) 化合物A (製造例1)	10.0
(5) 化合物B	5.0
[一般式(II)で、R <sup>3</sup> がドコシル基]	
(6) エタノール	3.0
(7) イソプロピル-p-メトキシシナメート	10.0
(8) 4-メトキシ-4'-メトキシベンゾイルメタン	2.0
(9) ポリエーテル変性シリコーン	10.0
(商品名: BY11-030; 東レ・ダウシリコーン(株)社製)	
(10) 酸化チタン	5.0
(水酸化アルミニウム/ステアリン酸処理)	
(11) イオン交換水	1.0
(12) パラベン	0.1
(13) 香料	0.1

(製法) (7)(8)および(12)(13)を加熱溶解した後、(1)～(5)に加え混合溶液した。撹拌機

で撹拌しながら、(6)(9)を加えて完全に混合した。その後、撹拌機で撹拌を続けながら(10)(1

1)を加え、W/O型の日焼け止めジェルを得る。この日焼け止めジェルは、化合物Aの樹脂の析出がなく、のびがよく、さっぱりとしていて、べたつかず、耐水性、耐汗性に優れ、水と接触しても白浮きは見られないものである。

#### 【0034】

【発明の効果】本発明によれば、安定配合が困難であったフッ素変性シリコーン樹脂を析出することなく安定に配合できる化粧料を提供すること出来る。したがって、従来、容易に析出してしまい安定配合が極めて困難であ

った紫外線吸収剤及び極性溶媒を多量に配合するサンスクリーン等の基剤中においても、フッ素変性シリコーン樹脂が安定に配合された日焼け止め化粧料を提供できる。また、使用中ののびがよく、さっぱりとして、べたつかず、優れた使用感を有する化粧料を提供できる。さらには、皮膜感（肌についているような違和感）もなく、耐水性及び耐汗性に優れ、水に接触しても白く浮き上がることが目立たない化粧料及び日焼け止め化粧料を提供することができる。

---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AB212 AB242 AB442 AC102  
AC122 AC212 AC262 AC312  
AC342 AC352 AC372 AC442  
AC472 AC482 AC552 AC912  
AD152 AD161 AD162 AD172  
BB41 CC04 CC05 CC19 DD33  
DD41 EE01 EE06 EE07 EE17